

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 05-062821

(43)Date of publication of application : 12.03.1993

(51)Int.Cl.

H01F 1/20

B22F 1/00

C22C 38/00

C22C 38/14

(21)Application number : 03-248365

(71)Applicant : MITSUBISHI MATERIALS CORP

(22)Date of filing : 02.09.1991

(72)Inventor : MORIMOTO KOICHIRO

## (54) FE-N-BASED SOFT MAGNETIC POWDER

(57)Abstract:

PURPOSE: To provide Fe-N-based magnetic powders having a high saturation magnetic flux density and a small coercive force.

CONSTITUTION: Fe-N-based soft magnetic powders having a composition, which satisfies the following compositional equation where M is one kind or two kinds of Ti, Zr, Hf, V, Nb and T, and metastable Fe<sub>16</sub>N<sub>2</sub> phase: 20% by volume or more. Compositional equation: (Fe<sub>1-X</sub>, MX)<sub>1-YN</sub>Y (where, X=0.02-0.15, Y+0.5-0.15).

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2000 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-62821

(43)公開日 平成5年(1993)3月12日

(51)Int.Cl. <sup>5</sup>	識別記号	庁内整理番号	FI	技術表示箇所
H 0 1 F 1/20		7371-5E		
B 2 2 F 1/00		S 7803-4K		
		Y 7803-4K		
C 2 2 C 38/00	3 0 3	S 7325-4K		
38/14				

審査請求 未請求 請求項の数2(全 11 頁)

(21)出願番号 特願平3-248365

(22)出願日 平成3年(1991)9月2日

(71)出願人 000006264

三菱マテリアル株式会社

東京都千代田区大手町1丁目5番1号

(72)発明者 森本 耕一郎

群馬県藤岡市牛田700番地 三菱マテリアル株式会社藤岡製作所内

(74)代理人 弁理士 富田 和夫 (外1名)

(54)【発明の名称】 Fe-N系軟磁性粉末

(57)【要約】

【目的】 飽和磁束密度が高く、保磁力小さなFe-N系磁性粉末を提供する。

【構成】 MをTi, Zr, Hf, V, NbおよびTaのうちの1種または2種以上とすると、下記の組成式を満足する組成を有し、かつ上記Mが固溶した準安定Fe<sub>1-x</sub>N<sub>y</sub>相:20容量%以上を有するFe-N系軟磁性粉末。

組成式: (Fe<sub>1-x</sub>, M<sub>x</sub>)<sub>1-y</sub>N<sub>y</sub>

(但し、X=0.02~0.15, Y=0.5~0.15)

1

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 MをTi, Zr, Hf, V, NbおよびTaのうちの1種または2種以上とすると、下記の組成式を満足する組成を有し、かつ上記Mを固溶した準安定 $\text{Fe}_{1-x}\text{N}_2$ 相（以下、準安定 $(\text{Fe}, \text{M})_{1-x}\text{N}_2$ 相と記す）を主体組織とすることを特徴とするFe-N系軟磁性粉末。

組成式： $(\text{Fe}_{1-x}, \text{M}_x)_{1-y}\text{N}_y$

但し、 $X: 0.02 \sim 0.15$ 、

$Y: 0.05 \sim 0.15$ 、

【請求項2】 上記準安定 $(\text{Fe}, \text{M})_{1-x}\text{N}_2$ 相は20容量%以上占めることを特徴とする請求項1記載のFe-N系軟磁性粉末。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】この発明は、飽和磁束密度が高く、保磁力の小さなFe-N系軟磁性粉末に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】従来、モーターやトランスなどの磁心、さらに磁気シールドなどの樹脂結合軟磁性複合部材が、純Fe粉末などの軟磁性粉末に、所定割合のエポキシ樹脂などの樹脂結合剤を配合し、混合した後、所定形状の圧粉体に加圧成形し、この圧粉体に樹脂硬化処理を施すことにより製造されることは良く知られるところである。

【0003】上記純Fe粉末は、飽和磁束密度（以下、Bsという）が十分でないために、近年、上記純Fe粉末よりも高いBsを有する準安定 $\text{Fe}_{1-x}\text{N}_2$ 相を主体組織とするFe-N系軟磁性粉末が注目されてきた。

## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、上記準安定 $\text{Fe}_{1-x}\text{N}_2$ 相を主体組織とするFe-N系軟磁性粉末は、高Bsをもつけれども保磁力（以下、Hcと記す）が大きく、そのために、この準安定 $\text{Fe}_{1-x}\text{N}_2$ 相を主体組織とするFe-N系軟磁性粉末を用いて作製した圧粉磁芯もHcが大きく、これが組込まれた各種電気および電子機器は高効率化および省エネルギー化の点で満足できる結果が得られない、という課題があったのである。

## 【0005】

【課題を解決するための手段】そこで、本発明者等は、上述のような観点から、準安定 $\text{Fe}_{1-x}\text{N}_2$ 相を主体組織とする高BsをもつFe-N系軟磁性粉末のHcを低減するべく研究を行った結果、MをTi, Zr, Hf, V, NbおよびTaのうちの1種または2種以上とすると、その組成が、

$(\text{Fe}_{1-x}, \text{M}_x)_{1-y}\text{N}_y$

但し、 $X: 0.02 \sim 0.15$ 、

$Y: 0.05 \sim 0.15$ 、

2

なる組成式を満足し、かつ上記Mを固溶した準安定 $\text{Fe}_{1-x}\text{N}_2$ 相（以下、準安定 $(\text{Fe}, \text{M})_{1-x}\text{N}_2$ 相という）を主体組織とするFe-N系軟磁性粉末は、Bsがあまり低下することなくHcが大幅に低下するという知見を得たのである。

【0006】この発明は、かかる知見にもとづいてなされたものであって、

$(\text{Fe}_{1-x}, \text{M}_x)_{1-y}\text{N}_y$

但し、 $X: 0.02 \sim 0.15$ 、

10  $Y: 0.05 \sim 0.15$ 、

なる組成式を満足する組成を有し、かつ準安定 $(\text{Fe}, \text{M})_{1-x}\text{N}_2$ 相を主体組織とするFe-N系軟磁性粉末に特徴を有するものである。

【0007】この発明のFe-N系軟磁性粉末を製造するには、純Fe粉末、M粉末および $\varepsilon\text{-Fe}_2\text{N}$ （ $Z=2 \sim 3$ ）相を主体とするFe-N系合金粉末を上記 $(\text{Fe}_{1-x}, \text{M}_x)_{1-y}\text{N}_y$ （但し、 $X: 0.02 \sim 0.15$ 、 $Y: 0.05 \sim 0.15$ ）を満足するように配合し、得られた配合粉末を高エネルギーを与えながら混合粉砕することにより製造することができる。

【0008】上記純Fe粉末およびM粉末は市販の金属粉末を用いることができるが、 $\varepsilon\text{-Fe}_2\text{N}$ （ $Z=2 \sim 3$ ）相を主体とするFe-N系合金粉末は純Fe粉末をアンモニア雰囲気中において窒化処理することにより製造される。

【0009】この発明のFe-N系軟磁性粉末において準安定 $(\text{Fe}, \text{M})_{1-x}\text{N}_2$ 相を主体組織とするためには、準安定 $(\text{Fe}, \text{M})_{1-x}\text{N}_2$ 相が20容量%以上占めることが必要である。さらにこの発明のFe-N系軟磁性粉末の組成式におけるXおよびYを上述の如く限定した理由は、Xが0.02未満ではM元素の添加によるHcの低下に及ばず効果がなく、一方Xが0.15を越えると $\text{Fe}_{1-x}\text{N}_2$ 相のBs減少が大きくなりすぎるので好ましくないことによるものであり、またYが0.05未満でも0.15を越えても準安定 $(\text{Fe}, \text{M})_{1-x}\text{N}_2$ 相の形成が困難になることによるものである。

## 【0010】

【実施例】原料粉末として、-100メッシュのアトマイズ純Fe粉末、並びに市販のいずれも粒度：-100メッシュのTi粉末、Zr粉末、Hf粉末、V粉末、Nb粉末およびTa粉末を用意した。

【0011】さらに、上記-100メッシュのアトマイズ純Fe粉末をアンモニア雰囲気中、温度：580℃、130時間保持の条件で窒化処理し、 $\varepsilon\text{-Fe}_2\text{N}$ （ $Z=2 \sim 3$ ）を主体組織としFe-28原子%Nの組成を有するFe-N系合金粉末も製造し、原料粉末として用意した。

【0012】これら原料粉末を全体組成が表1～表3に示される配合組成（重量%）となるように配合し、得られた配合粉末を直径：11mmのステンレス製ボール11

個とともに容積：80cm<sup>3</sup>のステンレス製容器を備えた遊星ボールミルの上記容器に装入し、容器内をN<sub>2</sub>雰囲気として、容器公転速度：300r.p.mで20時間回転の高エネルギー処理を施すことにより、組成式：(Fe<sub>1-x</sub>, M<sub>x</sub>)<sub>1-y</sub>N<sub>y</sub>においてX=0.02~0.15, Y=0.05~0.15の範囲内の組成を有し、Mを固溶した準安定(Fe, M)<sub>16</sub>N<sub>2</sub>相を主体組織とする本発明Fe-N系軟磁性粉末1~32並びに上記XおよびYが所定の範囲から外れた比較Fe-N系軟磁性粉末1~15(XおよびYの値が所定の範囲から外れた値に※印を付して示した)を製造し、その組成および準安\*

\*定(Fe, M)<sub>16</sub>N<sub>2</sub>相の生成率(容量%)を測定し、その結果を表4~表6に示した。

【0013】なお、上記準安定(Fe, M)<sub>16</sub>N<sub>2</sub>相の生成率は、200KV透過電子顕微鏡を用いて制限視野電子線回折を行ない、この結果の回折パターン中の準安定(Fe, Co)<sub>16</sub>N<sub>2</sub>相の反射を用い、暗視野像を結像して写真撮影し、この写真から準安定(Fe, M)<sub>16</sub>N<sub>2</sub>相の体積分率を算出することにより求めた。

【0014】

【表1】

種 別		原 料 粉 末 の 配 合 組 成 (重量%)		
		純 F e 粉	M 粉 末	F e - N 合 金 粉
本 発 明  F e - N 系 軟 磁 性 粉 末	1	78.5	T i : 1.6	19.9
	2	60.5	T i : 8.5	31.0
	3	51.0	T i : 11.0	38.0
	4	52.0	Z r : 4.6	43.4
	5	56.3	Z r : 15.0	28.7
	6	65.5	Z r : 17.9	16.6
	7	66.3	H f : 11.5	22.2
	8	49.3	H f : 25.6	25.1
	9	29.1	H f : 34.8	36.1
	10	51.0	V : 8.0	41.0
	11	60.3	V : 9.0	30.7
	12	72.4	V : 12.8	14.8
	13	63.0	N b : 10.9	26.1
	14	56.1	N b : 15.2	28.7
	15	42.3	N b : 16.4	41.3

【0015】

【表2】

種 別	原 料 粉 末 の 配 合 組 成 (重量%)		
	純Fe粉	M 粉 末	Fe-N合金粉
本 発 明  Fe   N 系 軟 磁 性 粉 末	16	53.4 Ta:16.7	29.9
	17	49.0 Ta:25.9	25.1
	18	53.0 Ta:36.0	11.0
	19	76.9 Ti:0.8, Zr:1.6	20.7
	20	54.3 Ti:3.8, Hf:14.1	27.8
	21	50.9 Ti:5.5, V:5.8	37.8
	22	43.7 Ti:3.2, Nb:6.2	46.9
	23	65.7 Ti:1.6, Nb:3.1, Ta:3.1	26.5
	24	50.9 Zr:2.3, Hf:4.4	42.4
	25	58.2 Zr:1.8, V:4.3	29.7
	26	61.9 Zr:5.8, Nb:5.8, Ta:11.2	15.5
	27	69.2 Hf:6.0, V:1.7	23.1
末	28	52.4 Hf:13.7, Nb:7.1	26.8
	29	31.4 Hf:12.7, Ta:12.8, V:3.0	39.5
	30	49.5 V:3.9, Nb:7.0	39.6
	31	62.3 V:5.5, Ta:19.5	12.7
	32	59.9 Nb:5.2, Ta:10.1	24.8

種 別		原料粉末の配合組成 (重量%)		
		純Fe粉	M 粉 末	Fe-N合金粉
比較 Fe   N 系 軟 磁 性 粉 末	1	68.5	Ti: 0.9	30.6
	2	61.7	Ti: 13.7	24.6
	3	71.3	Zr: 1.6	27.1
	4	46.0	Zr: 23.1	30.9
	5	60.5	Hf: 3.0	36.5
	6	47.1	Hf: 37.3	15.6
	7	81.3	V : 0.9	17.8
	8	44.5	V : 14.3	41.2
	9	54.5	Nb: 1.6	43.9
	10	33.5	Nb: 23.1	43.4
	11	82.6	Ta: 3.1	14.3
	12	53.6	Ta: 37.9	8.5
	13	79.6	Ti: 8.6	11.8
	14	36.9	Zr: 14.7	48.4
	15	69.5	— *	30.5

種 別		$(Fe_{1-X}, M_X)_{1-Y} N_Y$		準安定 $(Fe, M)_{16} N_2$ 相 の割合 (容量%)
		X	Y	
本 発 明  Fe   N 系 軟 磁 性 粉 末	1	0.02	0.07	35
	2	0.1	0.1	48
	3	0.13	0.12	49
	4	0.03	0.14	32
	5	0.1	0.1	47
	6	0.12	0.06	29
	7	0.04	0.08	40
	8	0.1	0.1	49
	9	0.15	0.15	24
	10	0.09	0.13	41
	11	0.1	0.1	47
	12	0.14	0.05	23
	13	0.07	0.09	44
	14	0.1	0.1	48
	15	0.11	0.14	31

11		12		
種 別		$(Fe_{1-x} \cdot M_x)_{1-y} N_y$		準安定 $(Fe, M)_{16} N_2$ 相 の割合 (容量%)
		X	Y	
本 発 明  Fe - N 系 軟 磁 性 粉 末	16	0.06	0.11	52
	17	0.1	0.1	48
	18	0.15	0.05	24
	19	0.02 (Ti:0.01, Zr:0.01)	0.07	35
	20	0.1 (Ti:0.05, Hf:0.05)	0.1	49
	21	0.13 (Ti:0.065, V:0.065)	0.12	50
	22	0.08 (Ti:0.04, Nb:0.04)	0.15	25
	23	0.05 (Ti:0.02, Nb:0.02, Ta:0.01)	0.09	48
	24	0.03 (Zr:0.015, Hf:0.015)	0.14	33
	25	0.1 (Zr:0.05, V:0.05)	0.1	47
	26	0.12 (Zr:0.04, Nb:0.04, Ta:0.04)	0.06	28
	27	0.04 (Hf:0.02, V:0.02)	0.08	41
28	0.1 (Hf:0.05, Nb:0.05)	0.1	48	
29	0.15 (Hf:0.05, Ta:0.05, V:0.05)	0.15	24	
30	0.09 (V:0.045, Nb:0.045)	0.13	40	
31	0.14 (V:0.07, Ta:0.07)	0.05	24	
32	0.07 (Nb:0.035, Ta:0.035)	0.09	45	



種 別		$(\text{Fe}_{1-X}, \text{M}_X)_{1-Y} \text{N}_Y$		準安定 $(\text{Fe}, \text{M})_{16} \text{N}_2$ 相 の割合 (容量%)
		X	Y	
比 較 Fe - N 系 軟 磁 性 粉 末	1	* 0.01	0.1	48
	2	* 0.16	0.08	39
	3	* 0.01	0.09	43
	4	* 0.16	0.11	52
	5	* 0.01	0.12	48
	6	* 0.16	0.07	34
	7	* 0.01	0.06	28
	8	* 0.16	0.13	40
	9	* 0.01	0.14	33
	10	* 0.16	0.15	23
	11	* 0.01	0.05	22
	12	* 0.16	0.04	13
	13	0.1	* 0.04	* 12
	14	0.1	* 0.16	* 15
	15	0	* 0.10	48

【0020】このようにして製造された本発明Fe-N系軟磁性粉末1～32および比較Fe-N系軟磁性粉末1～15のBsを振動試料型磁力計を用いて測定し、さらにそれら粉末のHcを同じく振動試料型磁力計を用

い、最大印加磁場1000Oeの条件で測定し、それらの測定結果を表7～表9に示した。

【0021】

【表7】

種 別		磁 気 特 性	
		B s (KG)	H c (Oe)
本 発 明 Fe   N 系 軟 磁 性 粉 末	1	24.4	7.8
	2	25.1	5.4
	3	25.2	5.0
	4	24.1	7.7
	5	25.0	5.2
	6	24.1	4.8
	7	24.7	7.4
	8	25.2	5.5
	9	23.5	4.5
	10	24.7	5.3
	11	25.1	5.5
	12	23.6	4.6
	13	24.9	6.0
	14	25.2	5.4
	15	23.9	4.9

種 別	磁 気 特 性	
	B <sub>s</sub> (KG)	H <sub>c</sub> (Oe)
本 発 明 の 軟 磁 性 粉 末	16	25.8
	17	25.0
	18	23.6
	19	24.4
	20	25.2
	21	25.2
	22	23.7
	23	25.0
	24	24.1
	25	25.2
	26	23.9
	27	24.7
	28	25.1
	29	23.5
	30	24.7
	31	23.6
	32	24.9

種 別		磁 気 特 性	
		B <sub>s</sub> (KG)	H <sub>c</sub> (Oe)
比 較 Fe   N 系 軟 磁 性 粉 末	1	25.3	10.7
	2	21.5	4.9
	3	25.0	10.6
	4	21.8	4.9
	5	25.3	10.5
	6	21.1	4.8
	7	23.9	10.3
	8	21.7	4.7
	9	24.0	10.2
	10	20.0	4.6
	11	23.4	10.4
	12	19.3	4.8
	13	21.3	5.0
	14	19.8	4.9
	15	25.4	11.2

## 【0024】

【発明の効果】表1～表9に示される結果から、上記組成式  $(Fe_{1-x}, M_x)_{1-y}N_y$  におけるMがX=0.02～0.15の範囲内にあるように含有され、かつNがY=0.05～0.15の範囲内にあるように含有されて  $(Fe, M)_{1-y}N_y$  相が20容量%以上存在すると

きにB<sub>s</sub>が高くかつH<sub>c</sub>の低いFe-N系軟磁性粉末が得られることが分る。

【0025】したがって、この発明のFe-N系軟磁性粉末を用いることにより高効率で省エネルギーに優れた電気電子機器用の各種部品を作ることができ、産業上すぐれた効果を奏するものである。